This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

42 r2, 11/00

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Als Erfinder benannt:

Deutsche Kl.:

Offenlegungsschrift 1962864 Ŏ 2 Aktenzeichen: P 19 62 864.9 **2** Anmeldetag: 15. Dezember 1969 **(3**) Offenlegungstag: 25. März 1971 Ausstellungspriorität: 3 Unionspriorität **②** Datum: 30. Dezember 1968 (3) Land: Ungarn 3 Aktenzeichen: ko-2227 Bezeichnung: Verfahren und Anlage zum Messen der Zusammensetzung von Stoffen **(6)** Zusatz zu: **2** Ausscheidung aus: 1 Anmelder: • »Licencia« Talalmanyokat Ertekesitö Vallalat, Budapest Meissner, Walter, Dipl.-Ing.; Tischer, Herbert, Dipl.-Ing.; Vertreter: Patentanwälte, 1000 Berlin und 8000 München

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960):

Gönczy, Jozsef, Dipl.-El.-Ing.; Horvath, Lorand, Dipl.-El.-Ing.; Kaffka, Karoly, Dipl.-El.-Ing.; Nadai, Bela, Dipl.-Phys.; Budapest

Patentanwält
Dipl. Ing. Welter Meisener
Dipl. Ing. Welter: Tischer
Bürn Hinchen
München 2, Tal 71

1962864

"LTC & CIA" Találmányokat Értékesitő Vállalat sudapest/Ungarn

Verfahren und Anlage zum Messen der Zusammensetzung von Stoffen.

Gegenstand der Erfindung ist ein Messverfahren, womit die Zusammensetzung von Stoffen in einfachern Weise bestimmt werden kann. Auf Grund dieser Bestimmung kann das Verfahren vorteilhaft in der Prozessregelung für Anzeige, Regelung und Aufzeichnung verwendet werden. Das Verfahren kann mit besonderen Vorteilen in der chemischen Industrie, in der Lebensmittelindustrie und in der pharmakologischen Industrie angewandt werden. Gegenstand der Erfindung ist auch eine zur Verwirklichung des Verfahrens gezeignete Anlage.

Bei fortlaufenden Technologien können Erzeugnisse guter Qualität bloss durch automatische Steuerung hergestellt werden. Die Automatisierung der fortlaufenden

-1-

699/92 **alt.**

Technologien (Lebensmittelindustri, chemische Industri, pharmakologische Industrie usw.) erf rd rt, dass während der Erzeugung möglichst vollständige Information von den in den einzelnen Phasen des Arbeitsvorgang s teilnehmenden Stoffen (Rohstoffen, halbfertige Waren, Fertigwaren) und ihrer Zusammensetzung, sowie Qualität oder Beschaffenheit gewonnen werde.

Die Qualität der Erzeugnisse kann eindeutig mit Hilfe ihrer gewichtsprozentualen Komponenten, oder deren Hundertstel, d.h. Gewichtsbrüche, gekennzeichnet werden, so dass die Qualitätsmessung auf eine Zusammensetzungsmessung zurückgeleitet werden kann. Die Erfinder fühlen sich zur obigen Behauptung durch die Erkenntnis berechtigt, dass die mit genügender Genauigkeit angegebene gewichtsprozentuale Zusammensetzung eines beliebigen Stoffes eindeutig sämtliche weitere (in den herkömmlichen Qualitätbegriff mitinbegriffene) Kennwerte des Erzeugnisses bestimmt. In diesem Sinne bestimmt die Zusammensetzung alle am Stoff messbaren physikalischen Kennwerte. Doch kann in der Kenntnis eines einzigen gut messberen physikalischen Kennwertes ein beliebiger der Zusammensetzungskennwerte nur in dem Falle bestimmt werden, wenn der physikalischen Kennwert bloss von dem in Frage stehenden Zusammensetzungskennwert abhängig ist, d.h. bloss betreffs dieses Wertes selektiv ist. Doch kann eine genügende Anzahl von selektiven physikalischen Kennwerten zur komplexen Beschreibung eines Erzeugnisses entweder auf Kosten von Schwierigkeiten gefunden werden, oder ist das Messverfahren schwerfällig, ungenau, ev. ist die Messanlage (z.B. Massenspektrograph, Gaschromatograph, usw.) kostspielig.

Das erfindungsgemässe Messverfahren beruht auf der Erkenntnis, dass zwischen den Zusammensetzungskennwerten und den physikalischen Kennwerten ein bestimmter Zusammenhang besteht. Können daher aus den physikalischen Kennwerten eine entsprechende Anzahl v n rasch, billig und g nau m sebare Kennwerte aus rwählt werd n, so werden diese von d n Zusammensetzungskennwerten eindeutig bestimmt. Sei der Zusammenhang ein beliebig verwikkelter, seien die einzelnen physikalischen Kennwerte nicht bloss von einem Zusammensetzungskennwert abhängig, sondern von sämtlichen, müssen die physikalischen Kennwerte doch keine selektiven sein.

Das erfindungsgemässe Messverfahren ist wesentlich das folgende:

Eine Untersuchung wird veranstaltet zur Ermittlung der physikalischen Kennwerte, welche am in Rede stehenden Stoff, dessen Zusammensetzung bestimmt werden soll, mit einfachen Anlagen rasch und genau bestimmt werden können. Sodann wird auf Grund von Messungen der physikalischen Kennwerte, welche an Mustern bekannter Zusammensetzung desselben Stoffes vorgenommen wurden, der Zusammenhang zwischen den Zusammensetzungskennwerten und den physikalischen Kennwerten ermittelt. Dieser Zusammenhang wird besonders in der Umgebung der gewünschten Zusammensetzung ermittelt. Da bei Prozessregelungen sich die Zusammensetzung der einzelnen Erzeugnisse wesentlich in der geringen Umgebung des Arbeitspunktes ändert, ist es zugelassen die Zusammenhänge in der Umgebung der Arbeitspunktzusammensetzung zu linearisieren.

. Die linearen Zusammenhänge zwischen den Zusammensetzungskennwerten und den physikalischen Kennwerten
werden invertiert. Werden die Muster bekannter
Zusammensetzung in einer entsprechenden Weise auserwählt, so kann die Inversion in einem jeden Falle
durchgeführt werden. Damit stehen lineare Zusammenhänge zur Verfügung, mit deren Hilfe in der Kenntnis
der physikalischen Kennwerte nun die Zusammensetzungs-

kennwerte bestimmt werden können. Die Zusammenhänge sind für den gegebenen Stoff in einem weiteren Bereich gültig, doch kann eine hohe Genauigkeit bloss in einer bestimmten Umg bung d s Arbeitspunktes erzielt werden. Sodann kann nach einer Messung der physikalischen Kennwerte am Stoff unbekannter Zusammensetzung mit Hilfe der transformierenden Beziehungen die Zusammensetzung bestimmt werden. Das Verfahren eignet sich nicht zur Bestimmung der universalen Zusammensetzung und taugt bloss für Stoffe, deren physikalische Kennwerte für Muster bekannter Zusammensetzung zur Verfügung stehen.

Die Transformierung der physikalischen Kennwerte zu Zusammensetzungskennwerten kann mit Hilfe der erfindungsgemässen Zusammensetzungsmessanlage auch automatisch durchgeführt werden. Die Anlage soll über Eingangs- und Ausgangszeichen verfügen, welche den physikalischen Kennwerten, bezw. Zusammensetzungskennwerten entsprechen zwischen welchen die für den zu prüfenden Stoff charakteristischen transformierenden Beziehungen gültig sind. Die Anlage kann eine elektronische sein, wenn die gemessenen Werte der physikalischen Parameter in der Form von aus einem Fernsender eintreffenden Ströme zur Verfügung. In diesem Falle werden die Zusammensetzungskennwerte als die Summe von entsprechend erzeugten Spannungen erhalten. Zur Verwirklichung des erfindungsgemässen Verfahrens eignet sich eine auf Grund eines beliebigen physikalischen (z.B. mechanischen, pneumatischen usw.) Prinzips arbeitende Anlage. Was wesentlich ist, ist dass die Anlage die Eingangs- und Ausgangszeichen mit Hilfe des jeweiligen linearen algebraischen Gleichungssystems verbindet.

Ausser den Zusammensetzungskennwerten werden auf die gemess nen physikalischen Kennwerte noch andere Kennwerte (z.B. Temperatur, Druck, relativer Feuchtigk itsinhalt usw.) störend auswirken. Doch kann auch die Wirkung di ser störend n K nnwerte mit Hilfe von linearischen Beziehungen in Betracht genommen werden und somit auf dem Stoff unbekannter Zusammensetzung durch Messung des störenden Kennwertes die Störung ausgeglichen werden. Auf Grund der Linearisierung kann der Ausgleich in die transformierende Anlage eingebaut werden und somit z.B. eine automatische komplexe ausgeglichene Messung verwirklicht werden.

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich nicht bloss zur Zusammensetzungsmessung. Mit Hilfe dieses Verfahrens kann eine beliebige Gruppe von Kennwerten eines stofflichen Systems durch Messung einer anderen Gruppe von Kennwerten gemessen werden.

Wie aus den obigen Ausführungen ersichtlich, übertreffen dieses grundsätzlich neues Verfahren und diese grundsätzlich neue Anlage was Genauigkeit, Zuverlässigkeit, Einfachkeit, Erzeugungskosten usw. die bisherigen Anlagen ähnlichen Zweckes und stellen somit einen qualitativen technischen Fortschritt dar.

Das erfindungsgemässe Verfahren wird im folgenden auf Grund einiger Beispiele und Figuren erläutert.

Es soll durch Mischung und Homogenisierung eine Lösung zubereitet werden, welche wesentlich eine Mischung von drei Komponenten in einem vorgeschriebenen Verhältnis ist. Die eine Komponente ist Wasser, die andere Zucker, die dritte irgendein Aroma und Farbstoffe enthaltender Alkohol. Auf Grund der Fig. 1 ist der Fertigungsgang der folgende: Das Wasser, die Zuckerlösung und der die Farbstoffe enthaltende Alkohol werden in drei Behältern 1, 2 und 3 aufbewahrt. Die drei "Grundstoffe" gelangen über die mit den Ventilen (Einmengungsorganen) 4, 5 und 6 versehenen Rohrleitungen 6, 8 und

9 in das Misch- und Homogenisiergefäss 10, von wo aus die fertige Mischung in Richtung des Pfeils 11 zur Füllmaschine fliesst. Die Dosi rung d r drei Grundstoffe in einem entsprechenden Verhältnis erfolgt durch di Verstellen des Ventilhubes. Bei fraktionierter Erzeugung konnte "die vorgeschriebene Zusammensetzung" der Mischung bloss mit chemischen Methoden kontrolliert werden. Infolge der Langsamkeit des chemischen Verfahrens (mehr als ein Tag wird zur Lieferung der Ergebnisse der Analyse benötigt) konnte es nicht die Grundlage einer automatischen Steuerung bilden. Bei fortlaufender Erzeugung ist jedoch eine automatische Steuerung unerlässlich. Die Bestimmung der Gewichtsprozente der Komponenten, d.h. der Zusammensetzungskennwerte, kann mit Hilfe des erfindungsgemässen Verfahrens, d.i. eines Alterationsverfahrens rasch und genau durchgeführt werden. Zur Bestimmung der drei Bestandteile müssen zwei physikalische Parameter gemessen werden. Das Instrument transformiert die physikalischen Kennwerte zu den gesuchten Zusammensetzungskennwerten. Es liefert von den Zusammensetzungskennwerten ein fortlaufendes Zeichen, welches somit eine Grundlage zur Verwirklichung der automatischen Steuerung bietet. Eine beispielsweise Schaltung des zur Verwirklichung der mit Hilfe des Messalterationsverfahrens verwirklichten automatischen Vorgangsteuerung laut Fig. 1 dienenden "transformierenden Instruments" ist auf Fig. 2 dargestellt.

Laut Fig. 1 wird das spezifische Gewicht und der Refraktionsindex v des Likörs unmittelbar nach dem Mischungs- und Homogenisierungsgefäss 10 gemessen. Die Grössen des spezifischen Gewichts und des Refraktionsindices wird von den Messverstärkern (Fernsendern) 12 und 13 in einen mit der Grösse des spezifischen

Gewichts / und der Grösse des R fraktionsindices y verhültnisgleichen elektrischen Strom von i1(/), bezw. i_2 (V), z.B. in ein UKW-Zeichen von $\bar{0}$ bis 5 mA umgewandelt. Das "transformierende Instrument" 14 ändert die beiden an seinen Eingang geschalteten Stromzeichen im Laufe von algebraischen Operationen um und wird am Ausgang in der Form von Spannungszeichen die Grössen der Gewichtsprozente $\mathbf{S}_{\mathbf{c}}$ des Zuckers und S, des Alkohols abgeben. Mit diesen Zeichen werden sodann mit Hilfe der im geschäftlichen Verkehr erhaltbaren Reglern R1 und R2, sowie der Vollziehungsorganen 15 und 16 die die Zucker- bezw. Alkoholkonzentration abandernden Ventile 5, bezw. 6 eingestellt. Mit dem Hub des in die Leitung 7 des Wasserbehälters 1 eingefügten Ventils 4 wird die Fertigungsleistung eingestellt.

In Fig. 2 wird die Schaltung des "transformierenden Instruments" 14 laut Fig. 1 dargestellt. Da die Grössen der beiden physikalischen Kennwerte f' und Y

sowohl vom Zuckergehalt, wie auch vom Alkoholgehalt abhängig sind- was auch in umgekehrtem Sinne
zutrifft - spielt bei der Bestimmung der Zusammensetzungskennwerte die Grösse beider physikalischen
Kennwerte eine Rolle. Diese Beziehung wird von den
folgenden Gleichungen beschrieben (lineare Annäherung):

 $S_{a} = A / + B \nu + C$ (für Alkohol)

 $B_c = D f + E V + F$ (für Zucker)

wo A, B, C, D, E und F transformierende Matrixelemente sind und für je einen Stoff einen konstanten Wert besitzen.

D.h. das Instrument vollzieht die Transformation (Abbildung) laut der Gleichungen. Der dem spezifischen Gewicht pverhältnisgleiche Strom il wird durch einen dem Wert von A entsprechenden Widerstand RA fliessend

einen mit dem Produkt Af verhältnisgleichen Spannungsabfall verursachen. Mit diesem in Reihe ist die mit dem Produkt BV verhältnisgleiche Spannung geschaltet, w lche über den mit dem Wert von B verhältnisgleichen Widerstand RB auf Einwirkung des dem Refraktionsindex V verhältnisgleichen Stromes i2 abfällt. Schliesslich zu diesem kommt die über den dem letzten Glied der ersten Gleichung der Konstante C, entsprechenden Widerstand RC abfallende Spannung. In der Schaltung können auch die Vorzeichen der in den Gleichungen vorkommenden Koeffizienten beachtet werden. Im Falle von Likör ist z.B. der Koeffizient A negativ. Dies wurde in der Schaltung durch die entgegengesetzte Reibenschaltung der über den Widerstand RA abfallende Spannung in Betracht genommen.

Beispiel 2. Fortlaufende Buttererzeugung Bei kontinuierliche Buttererzeugung wird durch Buttern oder Wärmebehandlung eine Emulsion bereitet, in welcher wesentlich durch automatische Steuerung von der vorgeschriebenen Gewichtsprozentsatz der drei Komponenten gesorgt werden muss. Die eine Komponente ist das Butterfett, die zweite das Wasser, (Buttermilch), die dritte die Luft. Eine Bedingung der automatischen Steuerung ist, dass über den Wert des Gewichtsprozentes der drei Komponenten fortlaufend Informationen zur Verfügung stehen. Sowohl die Verwendung der Methode der Messalteration zum Aufbau der automatischen Steuerung, wie auch die Schaltung des Instruments gleichen vollauf derjenigen des vorangehenden Beispiels. Zwei physikalische Kennwerte müssen zur Bestimmung der drei Zusammensetzungskennwerte gemessen werden. Bei der Butter ist der eine physikalische Kennwert die Kernabsorption p. Die Bestimmung des

3

apezifischen Gewichts ist an der Dichtigkeit der Butter entsprechenden Stoffen äusserst umständlich. Der ander physikalische Kennwert ist die dielektrische Konstante E. Zwar ist d. r. Wert der Elemente des Transformationsmatrices (A, B, C, D, E, F) ein anderer, wie im Falle von Likör, ist die Schaltung des Instruments dieselbe. Bloss die Werte von RA, RB, RC, RD, RE und RF müssen anders eingestellt werden. Weiters zeigt sich ein Unterschied im Vergleiche zur automatischen Steuerung der Likörerzeugung darin, dass bei der Buttererzeugung die Einstellung der Zusammensetzungskennwerte nicht mit Hilfe der Ventile erfolgt, sondern durch abünderung der Umdrehungszahl der Buttermaschine, der Temperatur der Fertigungsmaschine und der Leistung der Fertigungsmaschine.

Beispiel 3. Kontinuierliche Erzeugung von Aufgussaft

Der Aufgussaft ist eine zur Konservierung von Gurken, Paprika, Kraut usw. benötigt Lösung. Die Erzeugung von Aufgussaft ist der Likörerzeugung sehr ähnlich. Hier wird die Lösung auch durch Mischung und Homogenisierung zubereitet. Die Lösung selbst ist eine Mischung von mehreren Komponenten in einem vorgeschriebenen Verhältnis. Der Unterschied ist, dass hier nicht drei, sondern vier Komponenten vorkommen. Die eine Komponente ist das Wasser, die andere das Salz, die dritte der Zukker, die vierte der Essig. Zur Bestimmung der vier Komponenten sollen drei physikalischen Kennwerte gemessen werden und zwar das spezifische Gewicht p, die Leitungsfähigkeit K und der Refraktionsindex ${\cal V}$. (Auch kann statt des Refraktionsindices die Drehfähigkeit ∝ und statt des spezifischen Gewichts der pH-Faktor). Im Falle eines Aufgussaftes von vier Komponenten wird der Zusammenhang zwischen den Zusammensetzungs- und physikalischen Kennwerten von dem

folgenden Gleichungssystem beschrieben:

 $S_B = Af + B\mathcal{X} + C \mathcal{V} + D$ (für Salz) $S_C = Ef + F\mathcal{X} + G \mathcal{V} + H$ (für Zuck r)

 $S_e = J \mathcal{F} + K \mathcal{X} + L \mathcal{V} + M$ (für Essig)

Die Anzahl der Elemente des Transformationsmatrices (die Koeffizienten des Gleichungssystems) ist 12.

Dementsprechend müssen im "transformierenden Instrument" zwölf Widerstandswerte eingestellt werden und auch soll eine Möglichkeit zur Beachtungs des Vorzeichens geboten werden. Werden die physikalischen Kennwerte mit dem Strom, die Koeffizienten mit dem Widerstand in Zusammenhang gebracht, so werden die Zusammensetzungskennwerte in der Form von Spannung erhalten.

Beispiel 4. Fleischpasteerzeugung

Bei Fleischpasteerzeugung muss durch Zerstükkeln, Mischen und Homogenisieren eine Masse zubereitet werden, welche Wesentlich eine Mischung von vier Komponenten im vorgeschriebenen Verhältnis ist. Die vier Komponenten sind Eiweiss (Fleisch), Fett (Speck), Salz und Wasser, Die desierten Grundstoffe sind das Wasser und Fett enthaltende zerhackte Fleisch, der Wasser und Eiweiss enthaltende Speck, das Salz und das Wasser. Hier kann die messtechnische Aufgabe durch die Methode der "Messalteration" gut gelöst werden. Zur Bestimmung von vier Komponenten müssen drei physikalische Kennwerte gemessen werden und zwar: die Kernabsorption μ , die Leitungsfähigkeit &, die dielektrische Konstante &. Statt des letzteren Wertes kann auch der relative Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt erp oder die Kernreflektion (Neutronstreuung) gemessen werden. Schaltung des Instruments und Aufbau der automatischen Steuerung entsprechen vollauf den vorangehend beschriebenen.

Es sei hier bemerkt, dass durch Ersparung von wertvollen, nützlichen Stoffen (wie z.B. Alkohol, Fett, Eiweiss, Zucker) an den einzelnen Fertigungslinien bei **解**üngh**6**8228**6**4、台

LICENCIA

München, d n 20. Juli 1970

-11.

NEULR PATENTANSPRUCH 1

relevented

1962864

V rfahren zur Bestimmung von mittelbar nicht- -. oder nur schwer messbaren Gruppen v n technischen Kennwerten, insbesonders zur Bestimmung der Zusammensetzungskennwerte von verschiedenen Chemikalien, pharmazeutischen Produkte. Produkte der Lebensmittelindustrie, usw. auf Grund der Messung von anderen leicht, rasch und genau messbaren technischen Kennwerten, dadurch gekennzeichnet, dass aus dem Produkt mit zu bestimmender Zusammensetzung eine entsprechende Anzahl von Mustern mit bekannten Zusammensetzungen hergestellt werden, oder durch Probeentnehme Mustern mit verschiedener Zusammensetzung erhalten werden, wobei die Zusammensetzungsparameter derselben /in z.B. Gewichtsbruch-, Gewichtsprozent-, Volumenprozent- oder anderen Einheiten//mit klassischen Methoden bestimmt werden und auch rasch messbare physische Parameter anderer Hatur /z.B. Dichte. Brechungsindex, optisches Drehvermögen, elektrisches Leitvermögen, dielektrische Konstante, Oberflächenspannung, Strahlschwächungskonstante, Viskositüt, usw./ gemessen werden und auf Grund dieser Messergebnisse der mathematische Zusammenhang zwischen den Zusammensetzungsparametern/den physikalischen Parametern festgestellt wird und dieser Zusammenhang in Form von Regressionsgleichungen oder in Form von Tabellen, oder durch Verwirklichung eines entsprechenden Zühlwerkes, oder durch Programmieren eines Zählwerkes f stgestellt wird, und nachh r durch die Messung d r Werte der ausgewählten physikalisch n Para12

meter des Materials mit unbekannter Zusammens tzung, auf Grund der bereits früher erhaltenen Zusamm nhänge di unbekannten Zusammensetzungsparameter erhalten werden und im Falle einer Abweichung von einem vorgeschriebenen Sollwert die Zusammensetzung mittels entsprechender Steuermittel korrigiert wird.

Leerseite



